

Rec'd PCT/PTO 18 OCT 2001

PCT/JPO3/06056

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

02.06.03

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日

Date of Application:

2002年 6月 3日

出願番号

Application Number:

特願2002-161138

REC'D 18 JUL 2003

[ST.10/C]:

[JP2002-161138]

WIPO PCT

出願人

Applicant(s):

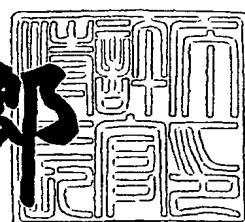
HOYA株式会社

**PRIORITY DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 7月 3日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

太田信一郎



出証番号 出証特2003-3052621

DOCUMENT AVAILABLE ONLINE

【書類名】 特許願  
【整理番号】 NP-1832  
【提出日】 平成14年 6月 3日  
【あて先】 特許庁長官 殿  
【国際特許分類】 G11B 5/00  
【発明の名称】 情報記録媒体用基板および情報記録媒体  
【請求項の数】 9  
【発明者】  
【住所又は居所】 東京都新宿区中落合2丁目7番5号 ホーヤ株式会社内  
【氏名】 池西 幹男  
【発明者】  
【住所又は居所】 東京都新宿区中落合2丁目7番5号 ホーヤ株式会社内  
【氏名】 鄧 学祿  
【特許出願人】  
【識別番号】 000113263  
【氏名又は名称】 ホーヤ株式会社  
【代表者】 鈴木 洋  
【代理人】  
【識別番号】 100080850  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 中村 静男  
【手数料の表示】  
【予納台帳番号】 006976  
【納付金額】 21,000円  
【提出物件の目録】  
【物件名】 明細書 1  
【物件名】 要約書 1  
【包括委任状番号】 9717248  
【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 情報記録媒体用基板および情報記録媒体

【特許請求の範囲】

【請求項1】 アルカリ金属酸化物含有ガラスからなる情報記録媒体用基板において、前記ガラスの転移温度( $T_g$ )が650℃以上であり、かつ温度80℃に保持された水中に24時間浸漬した際のアルカリ金属イオンの溶出量が、単位面積当たり $0.2\text{ }\mu\text{モル}/\text{cm}^2$ 以下であることを特徴とする情報記録媒体用基板。

【請求項2】 アルカリ金属酸化物含有ガラスの温度100～300℃における平均線熱膨張係数( $\alpha$ )が $80 \times 10^{-7}/\text{°C}$ 以上である請求項1に記載の情報記録媒体用基板。

【請求項3】 化学強化層が存在しない請求項1または2に記載の情報記録媒体用基板。

【請求項4】 アルカリ金属酸化物含有ガラスの比重が3.5以下である請求項1、2または3に記載の情報記録媒体用基板。

【請求項5】 アルカリ金属酸化物含有ガラスが、必須成分として $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{CaO}$ および $\text{K}_2\text{O}$ を含むものである請求項1ないし4のいずれか1項に記載の情報記録媒体用基板。

【請求項6】 アルカリ金属酸化物含有ガラスが、モル%表示で、 $\text{SiO}_2$  45～70%、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  1～15% (ただし、 $\text{SiO}_2$ と $\text{Al}_2\text{O}_3$ の合計量が57～85%)、 $\text{CaO}$  2～25%、 $\text{BaO}$  0～15%、 $\text{MgO}$  0～15%、 $\text{SrO}$  0～15%、 $\text{ZnO}$  0～10% (ただし、 $\text{MgO}$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{SrO}$ 、 $\text{BaO}$ および $\text{ZnO}$ の合計量が2～30%)、 $\text{K}_2\text{O}$  2～15%、 $\text{Li}_2\text{O}$  0～8%、 $\text{Na}_2\text{O}$  0～8% (ただし、 $\text{K}_2\text{O}$ 、 $\text{Li}_2\text{O}$ および $\text{Na}_2\text{O}$ の合計量が2～15%)、 $\text{ZrO}_2$  0～12%および $\text{TiO}_2$  0～10%を含み、かつ上記成分の合計含有量が95%以上の組成を有する請求項5に記載の情報記録媒体用基板。

【請求項7】 アルカリ金属酸化物含有ガラスが、希土類元素を含まないものである請求項1ないし6のいずれか1項に記載の情報記録媒体用基板。

【請求項8】 請求項1ないし7のいずれか1項に記載の情報記録媒体用基板上に、情報記録層を有することを特徴とする情報記録媒体。

【請求項9】 垂直方式の磁気記録媒体である請求項8に記載の情報記録媒体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は耐熱性が高く、アルカリ金属酸化物を含有しながらもアルカリ金属イオンの溶出量が極めて低い情報記録媒体用基板並びに前記基板を備えた情報記録媒体に関する。特に、高温スパッタ機での垂直磁気記録方式用磁性膜の作製に好適な磁気記録媒体用基板、並びに磁気記録媒体に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

従来、磁気記録媒体用基板材料としては、アルミニウム、ガラス、セラミックなどが用いられてきた。現在、サイズや用途に応じて主にアルミニウムとガラスが実用化されている。その中でガラス基板は、表面欠陥が少なく、平滑性や表面硬度が優れているため、その使用範囲が年々拡大してきている。磁気記録媒体用基板として用いられるガラスとしては、イオン交換による化学強化ガラス、結晶化ガラスなどが知られている。化学強化ガラスとしては、例えば、特開平1-239036号公報には、重量%表示で、 $\text{SiO}_2$ : 50~85%、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ : 0.5~14%、 $\text{R}_2\text{O}$  (ただしRはアルカリ金属イオン) : 10~32%、 $\text{ZnO}$ : 1~15%、 $\text{B}_2\text{O}_3$ : 1.1~14%を含むガラスをアルカリイオンによるイオン交換法によってガラス基板の表面に圧縮応力層を形成し、化学強化された磁気ディスク用ガラス基板が開示されている。また、結晶化ガラスとしては、例えば米国特許第5391622号明細書には、重量%表示で、 $\text{SiO}_2$ : 65~83%、 $\text{Li}_2\text{O}$ : 8~13%、 $\text{K}_2\text{O}$ : 0~7%、 $\text{MgO}$ : 0.5~5%、 $\text{ZnO}$ : 0~5%、 $\text{PbO}$ : 0~5%、ただし、 $\text{MgO} + \text{ZnO} + \text{PbO}$ : 0.5~5%、 $\text{P}_2\text{O}_5$ : 1~4%、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ : 0~7%、 $\text{As}_2\text{O}_3 + \text{Sb}_2\text{O}_3$ : 0~2%を含み、主結晶として微細な $\text{Li}_2\text{O} \cdot 2\text{SiO}_2$ 結晶粒子を含む磁気ディスク用

結晶化ガラス基板が開示されている。

## 【0003】

しかしながら、近年ハードディスクに代表される磁気ディスクなどの情報記録装置には記録の高密度化の進展にともなって、長手磁気記録方式から垂直磁気記録方式への変換が求められている。長手磁気記録方式では、室温程度の熱によって磁区が容易に回転するため、記録密度が高くなると、書き込みができなくなり、書き込んだ情報が容易に失われることが指摘されている。このような現象は熱揺らぎの問題として知られ、長手磁気記録方式の障害になりつつある。そこで、長手磁気記録方式による熱揺らぎの問題に対処するため、垂直磁気記録方式が実用化に向けて近年活発に検討されている。

## 【0004】

この垂直磁気記録方式の膜構成としては、非磁性基板上に垂直磁気記録層を形成した単層膜、軟磁性層と磁気記録層を順次に積層した二層膜、並びに硬磁性層、軟磁性層および磁気記録層を順次に積層した三層膜などが知られている。その中で二層膜と三層膜は、単層膜よりも高記録密度化および磁気モーメントの安定維持に適しているので、実用化に向けた開発が近年盛んに行われている。そして、このような多層磁性膜垂直磁気記録媒体の特性を向上させるため、高温スパッタ機での成膜や成膜後の高温熱処理が必要とされている。

## 【0005】

しかし、これまで一般的に使用してきたアルミニウム基板は、耐熱性が280°C以下と低い。また、化学強化ガラス基板は通常の化学強化温度(350~420°C)範囲あるいはそれより高い温度で使用されると化学強化のためのイオン交換による表面応力が緩和され基板強度が急低下するので、通常化学強化ガラスは350°C以下の温度での使用が強要されている。しかしながら、垂直磁気記録方式においては、磁性膜の磁気特性を高めるため、400°C以上の高温スパッタ機での成膜あるいは積層した磁性膜を400°C以上の高温でアニールすることが求められている。したがって、このような高温では、現在市販されているアルミニウム基板や化学強化ガラス基板は、いずれも対応できないことは明らかであり、耐熱性の高いガラス基板が求められている。

【0006】

優れた耐熱性を得るために、これまで化学強化用ガラスでは必須成分であったアルカリ金属酸化物を用いないガラス材料も考えられるが、この場合、溶解時の粘性が上昇して溶解性が低下するという問題が生じる。また、磁気ディスクをドライブ装置に組込む際、ディスクを固定するための金属固定具との熱膨張特性を合わせるために、ガラス基板の熱膨張係数を大きくする必要があるが、アルカリ金属酸化物を含まないガラスでは熱膨張係数を情報記録媒体用基板に求められる範囲にすることが難しい。

【0007】

一方、ガラスの溶解性、熱膨張係数を良好なものとするためにアルカリ金属酸化物を導入すると、ガラス基板からアルカリが溶出し、基板上に設けられている情報記録層に悪影響を及ぼすという問題もある。

【0008】

以上、情報記録媒体用基板のガラス材料に求められる条件を総合すると次のようになる。

- ① 高い耐熱性
- ② 優れた溶解性
- ③ 低アルカリ溶出特性

【0009】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、このような事情のもとで、前記の要求特性を満たす高耐熱性、低アルカリ溶出性などを備えたガラスからなる情報記録媒体用基板、並びに該基板を用いた情報記録媒体、特に高温スパッタ機で垂直磁気記録方式用磁性膜の作製に好適な磁気記録媒体用基板、並びに磁気記録媒体を提供することを目的とするものである。

【0010】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、前記目的を達成するために銳意研究を重ねた結果、アルカリ金属酸化物を含有し、かつある温度以上のガラス転移温度( $T_g$ )を有すると共に

、特定の条件で水中に浸漬した際のアルカリ金属イオンの溶出量がある値以下であるガラスからなる情報記録媒体用基板により、その目的を達成し得ることを見出し、この知見に基づいて本発明を完成するに至った。

## 【0011】

すなわち、本発明は、

(1) アルカリ金属酸化物含有ガラスからなる情報記録媒体用基板において、前記ガラスの転移温度( $T_g$ )が650℃以上であり、かつ温度80℃に保持された水中に24時間浸漬した際のアルカリ金属イオンの溶出量が、単位面積当たり $0.2\mu\text{モル}/\text{cm}^2$ 以下であることを特徴とする情報記録媒体用基板、

## 【0012】

(2) アルカリ金属酸化物含有ガラスの温度100~300℃における平均線熱膨張係数( $\alpha$ )が $80 \times 10^{-7}/\text{℃}$ 以上である上記(1)項に記載の情報記録媒体用基板、

(3) 化学強化層が存在しない上記(1)または(2)項に記載の情報記録媒体用基板、

## 【0013】

(4) アルカリ金属酸化物含有ガラスの比重が3.5以下である上記(1)、(2)または(3)項に記載の情報記録媒体用基板、

(5) アルカリ金属酸化物含有ガラスが、必須成分として $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{CaO}$ および $\text{K}_2\text{O}$ を含むものである上記(1)ないし(4)項のいずれか1項に記載の情報記録媒体用基板、

## 【0014】

(6) アルカリ金属酸化物含有ガラスが、モル%表示で、 $\text{SiO}_2$  45~70%、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  1~15% (ただし、 $\text{SiO}_2$ と $\text{Al}_2\text{O}_3$ の合計量が57~85%)、 $\text{CaO}$  2~25%、 $\text{BaO}$  0~15%、 $\text{MgO}$  0~15%、 $\text{SrO}$  0~15%、 $\text{ZnO}$  0~10% (ただし、 $\text{MgO}$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{SrO}$ 、 $\text{BaO}$ および $\text{ZnO}$ の合計量が2~30%)、 $\text{K}_2\text{O}$  2~15%、 $\text{Li}_2\text{O}$  0~8%、 $\text{Na}_2\text{O}$  0~8% (ただし、 $\text{K}_2\text{O}$ 、 $\text{Li}_2\text{O}$ および $\text{Na}_2\text{O}$ の合計量が2~15%)、 $\text{ZrO}_2$  0~12%および $\text{TiO}_2$  0~10%を含み、かつ上記成分

の合計含有量が9.5%以上の組成を有する上記(5)項に記載の情報記録媒体用基板、

## 【0015】

- (7) アルカリ金属酸化物含有ガラスが、希土類元素を含まないものである上記(1)ないし(6)項のいずれか1項に記載の情報記録媒体用基板、
- (8) 上記(1)ないし(7)項のいずれか1項に記載の情報記録媒体用基板上に、情報記録層を有することを特徴とする情報記録媒体、および
- (9) 垂直方式の磁気記録媒体である上記(8)項に記載の情報記録媒体、を提供するものである。

## 【0016】

## 【発明の実施の形態】

本発明の情報記録媒体用基板は、従来のガラス基板の高平滑性、高平坦性などの優れた特性を維持しながらも、400～600℃の温度範囲での高温成膜に適し、400～600℃温度範囲での高温熱処理を行っても変形せず、さらに溶解性を損なわないためにアルカリ金属酸化物を含有しながらも、アルカリ金属イオンの溶出量（以下、アルカリ溶出量と称すことがある。）が極めて少ない非晶質性ガラスからなる基板である。上記高温熱処理を行っても基板が変形しないために、ガラス転移温度（T<sub>g</sub>）が650℃以上、好ましくは680℃以上、さらに好ましくは700℃以上のガラスによって基板を構成する。該ガラスの転移温度の上限については特に制限はないが、通常900℃程度である。

## 【0017】

本発明のガラス基板は、優れた溶解性を付与するために、アルカリ金属酸化物を含有するが、一方アルカリ溶出量は極めて少ないものである。このアルカリ溶出量は、温度80℃に保持された水中に24時間浸漬した際の単位面積当たりの溶出量で示されるが、その値は0.2μモル/cm<sup>2</sup>以下（0.2×10<sup>-6</sup>モル/cm<sup>2</sup>以下）である。以上のような特性があいまって高記録密度化に適した情報記録媒体用基板が得られる。なお、前記アルカリ溶出量が0.2μモル/cm<sup>2</sup>より大きいと、基板の洗浄工程などにおいてガラス中のアルカリ金属が溶出して基板表面が荒れてしまい、研磨加工によって仕上げられた基板表面の平滑性が

損なわれる。また、情報記録層を形成した後、基板から析出するアルカリ金属によって情報記録層が侵蝕される問題も生じる。好ましいアルカリ溶出量は0.1  $\mu$ モル/ $\text{cm}^2$ 以下、より好ましくは0.05  $\mu$ モル/ $\text{cm}^2$ 以下である。

#### 【0018】

なお、前記アルカリ溶出量は、以下に示す測定方法により求めた値である。

##### 〈アルカリ金属イオンの溶出量（アルカリ溶出量）の測定方法〉

清浄な表面を有するガラス試料を密閉可能な容器に入れて秤量し、この質量を質量Aとする。次に容器中にガラス試料が完全に浸漬するように70~75℃の超純水を約20ml添加し、密閉した状態で容器内の温度が80℃に保たれる状態で24時間放置する。その後、密閉状態の容器を秤量し、この質量を質量Bとする。その後、ガラス試料を取り出す。ガラス試料を浸漬していた水の質量は質量Bから質量Aを差し引いたものである。次いで、ガラス試料を浸漬していた水に溶出したアルカリ金属元素の濃度をICP-AES（バリアン製ICP発光分光分析装置「VISTA AX」）を使用して測定する。アルカリ金属元素の濃度と水の質量をもとに溶出したアルカリ金属元素の量を算出し、この値（モル表示）をガラス試料の表面積で割ればアルカリの溶出量が求まる。なお、測定に当たり、ガラス試料を浸漬する水の純度、容器の洗浄性、容器から水への溶出など、測定精度低下の要因になる点に対し十分注意を払う必要がある。ガラス中に含まれるアルカリ金属元素が複数種ある場合には、それぞれのアルカリ金属イオンの濃度から浸漬した水に含まれる各アルカリ金属イオンの量（モル表示）を測定、算出し、その合計量をガラス試料の表面積で割った値をアルカリ金属イオンの溶出量とする。

#### 【0019】

本発明のガラス基板は、上記高耐熱性に加え、情報記録媒体用基板として好ましい熱膨張特性すなわち100~300℃における平均線熱膨張係数（ $\alpha$ ）が $80 \times 10^{-7}$ /℃以上という特性を兼ね備えることが好ましい。該平均線熱膨張係数（ $\alpha$ ）の上限は、通常 $120 \times 10^{-7}$ /℃程度である。

#### 【0020】

本発明のガラス基板は、化学強化層が存在しないものが好ましい。本発明のガ

ラス基板によれば化学強化しなくてもアルカリ溶出量を低レベルに抑えることができ、化学強化の工程を省くことができる。

## 【0021】

さらに比重が3.5以下のものが好ましい。比重3.5以下の基板を用いることにより媒体の回転時のトルクを低減することができる。比重3.2以下がより好ましい。また、情報記録媒体を高速回転させた際に高い安定性を得る上から高剛性を備えるもの、すなわちヤング率が72GPa以上とのものが好ましい。

## 【0022】

ガラス基板を構成するガラスとしては、必須成分として $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{CaO}$ および $\text{K}_2\text{O}$ を含むものが好ましい。このような組成によれば高耐熱性、高膨張特性、低アルカリ溶出性、高ガラス安定性を兼ね備えた情報記録媒体用基板を得ることができる。

## 【0023】

さらに、上記組成範囲において、好ましいガラスとしては、モル%表示で（以下、特記のない限りガラスの各成分の含有量はモル%表示とする。）、 $\text{SiO}_2$  4.5～70%、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  1～15%（ただし、 $\text{SiO}_2$ と $\text{Al}_2\text{O}_3$ の合計量が57～85%）、 $\text{CaO}$  2～25%、 $\text{BaO}$  0～15%、 $\text{MgO}$  0～15%、 $\text{SrO}$  0～15%、 $\text{ZnO}$  0～10%（ただし、 $\text{MgO}$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{SrO}$ 、 $\text{BaO}$ および $\text{ZnO}$ の合計量が2～30%）、 $\text{K}_2\text{O}$  2～15%、 $\text{Li}_2\text{O}$  0～8%、 $\text{Na}_2\text{O}$  0～8%（ただし、 $\text{K}_2\text{O}$ 、 $\text{Li}_2\text{O}$ および $\text{Na}_2\text{O}$ の合計量が2～15%）、 $\text{ZrO}_2$  0～12%および $\text{TiO}_2$  0～10%を含み、かつ上記成分の合計含有量が95%以上の組成を有するガラスを挙げることができる。

## 【0024】

以下、各成分の役割ならびに上記組成範囲について詳しく説明する。

$\text{SiO}_2$ はガラスの網目構造を形成する主成分であり、その含有量が45%未満では、ガラスの耐久性が悪化してガラスが失透しやすくなる。一方、70%を超えると、ガラスのヤング率が小さくなる上、高温粘性が高くなるためにガラスが溶けにくくなる。したがって、 $\text{SiO}_2$ の含有量は45～70%の範囲にする

ことが好ましい。特に50~67%の範囲がより好ましい。

## 【0025】

$\text{Al}_2\text{O}_3$ はガラスの耐久性や耐熱性の向上に大きく寄与する成分としても、 $\text{SiO}_2$ とともにガラス構造の安定化及びその剛性度を高める成分としても非常に重要である。しかし、その含有量が1%未満ではガラスからのアルカリの溶出を抑える効果が減少する傾向となり、耐久性のよいガラスを作りにくくなるのに対し、15%を超えて導入すると、ガラスの高温溶融性が悪化する傾向となるので、その含有量を1~15%にすることが好ましい。より好ましくは2~12%の範囲である。

前記 $\text{SiO}_2$ と $\text{Al}_2\text{O}_3$ の合計含有量は57~85%の範囲が好ましい。この合計含有量が57%未満ではガラスの耐久性が不十分となるおそれがある。より好ましい合計含有量は57~79%の範囲である。

## 【0026】

$\text{MgO}$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{ZnO}$ 、 $\text{SrO}$ 、及び $\text{BaO}$ はガラス溶解時の粘性を下げ、溶解を促進すると共にヤング率の上昇、熱膨張係数の増加に効果が大きい。しかしその合計含有量が30%を超えると、ガラスの耐久性が悪化する傾向となり、失透温度も高くなる傾向がある。

## 【0027】

$\text{CaO}$ はヤング率や熱膨張の向上、溶解粘性の低粘性化に効果が大きく重要な成分である。しかし、 $\text{CaO}$ の導入量が2%未満ではその効果が薄く、25%を超えて導入すると、安定性が悪化する傾向になるため2~25%の範囲が好ましい。より好ましくは3~20%の範囲である。

## 【0028】

$\text{BaO}$ は熱膨張の向上に寄与し、耐久性の向上にも効果があるが、過剰の導入では逆に耐久性が悪化する傾向がある。また $\text{BaO}$ の導入により比重の上昇が大きいため0~15%の範囲が好ましい。より好ましくは0~14%である。

## 【0029】

その他の $\text{MgO}$ 、 $\text{ZnO}$ 、 $\text{SrO}$ は合計量が好ましい範囲を超えない範囲で添加することでガラス構造の安定化、ヤング率、熱膨張の上昇に効果が期待できる

。MgO、ZnO、SrOはこれらの一つを大量に導入するよりも、少量ずつ多種類の2価成分を導入することでより効果が大きくなるため、MgOを0~15%、SrOを0~15%、ZnOを0~10%の範囲にするのが好ましい。より好ましくは、MgOが0~10%、SrOが0~10%、ZnOが0~8%である。

MgO、CaO、SrO、BaOおよびZnOの合計含有量は、前記の理由により、2~30%の範囲が好ましく、より好ましくは3~30%、さらに好ましくは3~25%の範囲である。

#### 【0030】

Li<sub>2</sub>O、Na<sub>2</sub>O、K<sub>2</sub>Oはガラス溶解時の粘性を下げ、溶解を促進するとともに、熱膨張を大きく上昇させる有用な成分である。しかし、その導入量が合計で15%を超えて多くなると、化学的耐久性が悪化するだけでなく、アルカリがガラス表面に多く析出するようになるため、磁性膜などの情報記録層を侵蝕してしまうおそれがある。またガラス転移温度が低下し必要な耐熱性が得られなくなる場合がある。その導入量が合計で2%より少なくなると、ガラスの溶解性が低下したり、所定の熱膨張特性を得にくくなる。

#### 【0031】

Li<sub>2</sub>Oは熱膨張の上昇とヤング率の上昇に効果が大きいが、ガラス表面への析出の度合が大きいため0~8%とするのが好ましい。より好ましくは0~5%である。

Na<sub>2</sub>Oは熱膨張の上昇に効果が大きいがK<sub>2</sub>Oほどではない。またガラス表面への析出の度合も大きいため0~8%が好ましい。より好ましくは0~5%である。

#### 【0032】

K<sub>2</sub>Oは熱膨張係数の上昇に効果が大きく、ガラス表面への析出の度合も小さいため重要な成分である。つまり、所望の熱膨張特性並びにガラス溶解性を付与しつつ、アルカリ溶出量を低レベルに抑える上から重要な成分である。しかし、大量の導入はガラスの耐久性を低下させ、ガラス転移温度の低下による耐熱性の悪化を引き起こすので2~15%の範囲にするのが好ましい。より好ましくは4

~13%である。

## 【0033】

$K_2O$ 、 $Li_2O$ および $Na_2O$ の合計含有量は、前記の理由により、2~15%の範囲が好ましく、より好ましくは4~12%の範囲である。 $ZrO_2$ 、 $TiO_2$ はガラスの化学的耐久性を向上させ、剛性度を高めるために導入される成分である。少量の $ZrO_2$ 及び $TiO_2$ をガラスに添加すると、ガラスの耐久性も弾性率も脆さも改善されるが、比重が急増するし、より多く導入するとガラスの失透傾向が強くなる。

## 【0034】

$ZrO_2$ はその導入によりヤング率を上昇させる成分であるが、比重も大きくなるため、0~12%とするのが好ましく、0~10%とするのがより好ましい

$TiO_2$ はヤング率の上昇効果は $ZrO_2$ より劣るが、比重の上昇はあまり大きくないため、0~10%とするのが好ましく、0~8%とするのがより好ましい

## 【0035】

本発明のガラス基板においては、希土類元素は任意成分として導入することができる。希土類元素はガラス基板の耐熱性、耐久性、弾性率を高める働きをするが、高価な原料でもある。希土類元素の有無によって、本発明のガラス基板をさらに2つの態様に分けることができる。

## 【0036】

一方の態様は、高耐熱性、高熱膨張特性、低アルカリ溶出特性を満足しつつ、低コストのガラス基板を提供可能な希土類元素を含有しないガラス基板であり、他方の態様は、高熱膨張特性、低アルカリ溶出特性を満足しつつ、より高い耐熱性、ヤング率、耐久性を付与可能な希土類元素を含有するガラス基板である。この態様においては導入する希土類元素は酸化物に換算して8%以下とすることが好ましく、より好ましくは5%以下である。

## 【0037】

上記希土類元素としては、Y、La、Gd、Yb、Pr、Sc、Sm、Tb、

Dy、Nd、Eu、Ho、Er、Tm、Luを例示することができ、それら酸化物としては、 $Y_2O_3$ 、 $La_2O_3$ 、 $Gd_2O_3$ 、 $Yb_2O_3$ 、 $Pr_2O_3$ 、 $Sc_2O_3$ 、 $Sm_2O_3$ 、 $Tb_2O_3$ 、 $Dy_2O_3$ 、 $Nd_2O_3$ 、 $Eu_2O_3$ 、 $Ho_2O_3$ 、 $Er_2O_3$ 、 $Tm_2O_3$ 、 $Lu_2O_3$ を例示することができる。

## 【0038】

この希土類元素の酸化物としては、 $Y_2O_3$ が好ましく用いられる。該 $Y_2O_3$ を用いる場合、比重の上昇もあまり大きくなく、ヤング率の上昇効果も大きいが、ガラスの安定性の低下が著しいため、8%以下にするのが好ましく、5%以下とすることがより好ましい。

## 【0039】

本発明のガラス基板は上記成分以外に、ガラスの溶解性、清澄性、成形性などを改善するため、 $As_2O_3$ 、 $Sb_2O_3$ 、フッ化物、塩化物、 $SO_3$ を導入することができる。その導入量は、脱泡剤として用いられる適量の範囲であればよいが、外割の合計量で2%以下の割合を目安とする。この中で $Sb_2O_3$ を導入することがより好ましい。また、環境への影響に配慮すると、 $As_2O_3$ 等のヒ素化合物を用いないことが望ましい。

## 【0040】

上記好ましい組成範囲において各成分のより好ましい範囲を任意に組合せてさらに好ましい組成範囲を選択することが可能であるが、中でも特に好ましい組成範囲は、 $SiO_2$  50~67%、 $Al_2O_3$  2~12%（ただし、 $SiO_2$ と $Al_2O_3$ の合計量が57~79%）、 $CaO$  3~20%、 $BaO$  0~14%、 $MgO$  0~10%、 $SrO$  0~10%、 $ZnO$  0~8%（ただし、 $MgO$ 、 $CaO$ 、 $SrO$ 、 $BaO$ および $ZnO$ の合計量が3~30%）、 $Li_2O$  0~5%、 $Na_2O$  0~5%、 $K_2O$  4~13%（ただし、 $K_2O$ 、 $Li_2O$ および $Na_2O$ の合計量が4~12%）、 $ZrO_2$  0~10%および $TiO_2$  0~8%である。

## 【0041】

なお、希土類元素を含まない態様においては、 $SiO_2$ 、 $Al_2O_3$ 、 $CaO$ 、 $BaO$ 、 $MgO$ 、 $SrO$ 、 $ZnO$ 、 $Li_2O$ 、 $Na_2O$ 、 $K_2O$ 、 $ZrO_2$ 、 $TiO$

$K_2O$ の合計含有量を100%とすることが好ましい。また、この組成に上記胞泡剤を添加してもよい。さらに、アルカリ溶出量を抑えつつ、優れた溶解性、耐熱性を得る上から、アルカリ金属酸化物を $K_2O$ のみに限定することが望ましい。また、上記特性を得る上で $K_2O$ と $BaO$ を共存させることも望ましい。特に好ましい組成は、 $SiO_2$ 、 $Al_2O_3$ 、 $MgO$ 、 $CaO$ 、 $BaO$ 、 $K_2O$ 、 $ZrO_2$ の合計含有量が100%のものであり、 $SiO_2$ 、 $Al_2O_3$ 、 $MgO$ 、 $CaO$ 、 $BaO$ 、 $K_2O$ 、 $ZrO_2$ の合計含有量が98%以上のものが好ましく、99%以上のものがさらに好ましい。なお、この組成に上記胞泡剤を添加してもよい。

## 【0042】

希土類元素を含む態様においては、 $SiO_2$ 、 $Al_2O_3$ 、 $CaO$ 、 $BaO$ 、 $MgO$ 、 $SrO$ 、 $ZnO$ 、 $Li_2O$ 、 $Na_2O$ 、 $K_2O$ 、 $ZrO_2$ 、 $TiO_2$ 、 $B_2O_3$ 、希土類元素酸化物の合計含有量を100%とすることが好ましい。中でも希土類元素酸化物の合計含有量を5%以下に抑えることが好ましい。このガラスにも胞泡剤として、 $As_2O_3$ 、 $Sb_2O_3$ 、フッ化物、塩化物、 $SO_3$ を適量添加することができるが、その合計含有量は外割で2%以下を目安にすることが好ましく、1%以下にすることがさらに好ましい。なお、環境への配慮から、 $As_2O_3$ などのヒ素化合物を使用しないことが望ましい。

なお、上記いずれの態様においてもガラスの溶解性は優れており、ガラス中に未溶解物は認められず、また結晶粒子も認められない。

## 【0043】

次に情報記録媒体用基板の製造方法について説明する。前記製法は適宜公知の方法を用いることができる。例えば、高温溶融法すなわち所定の割合のガラス原料を空気中か不活性ガス雰囲気で溶解し、バブリングや攪拌などによってガラスの均質化を行い、周知のプレス法、ダウンドーロ法及びフロート法により板ガラスに成形され、その後、円形加工、芯抜き、内外円周面加工、研削、研磨などが施され、所望のサイズ、形状の情報記録媒体用基板とされる。なお、研磨では研磨材やダイヤモンドペレットによりラッピング及び酸化セリウムなどの研磨材によるポリシング加工を行うことで、表面精度を例えば0.1~0.6nmの範囲にすることができる。加工後、基板表面は洗浄液により洗浄されるが、アルカリ

溶出量が極めて低レベルにあるため、洗浄によって基板表面の平滑性、清浄性が損なわれることがない。また、清浄後の基板を大気中に曝してもアルカリ溶出による表面荒れは生じない。このように、本発明の情報記録媒体用基板によれば、高温熱処理に好適でアルカリ溶出の少ない基板を提供できる。例えば、この基板を磁気記録媒体用基板として使用することにより、好適な垂直記録方式の磁気記録媒体を提供することができ、従来の長手磁気記録方式の磁気記録媒体の面記録密度  $100 \text{ GBit} / (2.5 \text{ cm})^2$  よりも高記録密度（例えば  $1 \text{ TBit} / (2.5 \text{ cm})^2$ ）の磁気記録媒体を提供する道が開かれることになる。

## 【0044】

次に、本発明の情報記録媒体およびその製造方法について説明する。

本発明の情報記録媒体は、前述の情報記録媒体用基板上に情報記録層を有するものである。前述のガラス基板を用いて磁気ディスクなどの情報記録媒体を作製するには、ガラス基板の上に順次、下地層、磁性層、保護層、潤滑層などを設ければよい。磁性層（情報記録層）としては特に限定されないが、例えば、Co-Cr系、Co-Cr-Pt系、Co-Ni-Cr系、Co-Ni-Pt系、Co-Ni-Cr-Pt系、及びCo-Cr-Ta系などの磁性層が好ましい。下地層としてはNi層、Ni-P層、Cr層などを採用できる。保護層としては、カーボン膜などが使用でき、潤滑層を形成するためにはパーフルオロポリエーテル系などの潤滑材を使用することができる。

## 【0045】

本発明の情報記録媒体用基板は特に、垂直磁気記録方式の磁気記録媒体に好適である。垂直磁気記録方式の磁気記録媒体における膜構成は、非磁性基板上に垂直磁気記録層を形成した単層膜、軟磁性層と磁気記録層を順次に積層した二層膜、及び硬磁性層、軟磁性層及び磁気記録層を順次に積層した三層膜などを好適なものとして例示できる。その中で二層膜と三層膜は単層膜よりも高記録密度化及び磁気モーメントの安定維持に適しているので好ましい。

## 【0046】

このような多層磁性膜垂直磁気記録媒体の特性を向上させるため、高温スパッタ機での成膜や成膜後の400～600°Cでの高温熱処理（アニール処理）が必

要である。本発明の情報記録媒体用基板はガラス転移温度( $T_g$ )が650℃以上のガラスからなるので、上記高温熱処理によっても基板が変形することなく優れた平坦性を保つことが可能である。また、基板のアルカリ溶出量が小さいので情報記録層などの成膜後も基板からのアルカリ金属析出によって基板上に形成された膜が侵蝕されるのを防止することができる。

## 【0047】

## 【実施例】

次に、本発明を実施例により、さらに詳細に説明するが、本発明は、これらの例によってなんら限定されるものではない。

## 実施例1～16及び比較例1

表1～表3に示す組成のガラスが得られるように、出発原料として $SiO_2$ 、 $Al_2O_3$ 、 $Al(OH)_3$ 、 $MgO$ 、 $Mg(OH)_2$ 、 $MgCO_3$ 、 $CaCO_3$ 、 $SrCO_3$ 、 $BaCO_3$ 、 $ZnO$ 、 $Li_2CO_3$ 、 $Na_2CO_3$ 、 $K_2CO_3$ 、 $TiO_2$ 、 $ZrO_2$ などを用いて300～1500g秤量し、十分に混合して調合バッチと成し、これを白金坩堝に入れ、1400～1600℃の温度で空気中約3～8時間ガラスの溶解を行った。溶解後、ガラス融液を40×40×20mmカーボン金型に流し、ガラスの転移点温度まで放冷してから直ちにアニール炉にいれ、一時間保持した後、炉内で室温まで放冷した。得られたガラスは顕微鏡で観察できるほどの結晶が析出しなかった。また、得られたガラスは均質性が高く、未溶解物も認められず、高い溶解性を確認することができた。

## 【0048】

このようにして得られたガラスを、40×20×15mm、5φ×20mm、30×30×2mmに加工して、各物性評価用の試料を作製し、下記に示す方法に従って、各物性を測定した。結果を表1～表3に示す。

## 【0049】

(1) ガラス転移温度( $T_g$ )

5mmφ×20mmの試料について、リガク社製の熱機械分析装置(TMA 8140)を用いて+4℃/分の昇温速度で測定した。なお、標準試料としては $SiO_2$ を用いた。

(2) 平均線熱膨張係数

100～300℃における平均線熱膨張係数を意味し、ガラス転移温度の測定時に一緒に測定した。

【0050】

(3) 比重

40×20×15mmの試料について、アルキメデス法により測定した。

(4) ヤング率

40×20×15mmの試料について、超音波法により測定した。

(5) アルカリ溶出量

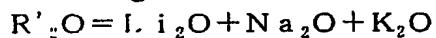
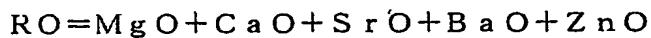
エタノール浴にて超音波洗浄処理した30×30×2mmの試料を、予め酸洗浄されたポリプロピレン製容器に入れ、明細書本文記載の方法に従って測定した

【0051】

【表1】

表1

		実施例					
		1	2	3	4	5	6
ガラス組成 (モル%)	SiO <sub>2</sub>	50	50	50	60	55	64
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	10	10	10	5	5	3
	(SiO <sub>2</sub> +Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	(60)	(60)	(60)	(65)	(60)	(67)
	MgO	5	—	10	3	3	3
	CaO	20	20	10	10	15	15
	SrO	—	5	—	3	3	3
	BaO	5	5	10	5	5	5
	ZnO	—	—	—	—	—	—
	(RO)	(30)	(30)	(30)	(21)	(26)	(26)
	Li <sub>2</sub> O	—	—	—	—	—	—
	Na <sub>2</sub> O	—	—	—	—	—	—
	K <sub>2</sub> O	5	5	5	7	7	7
	(R' <sub>2</sub> O)	(5)	(5)	(5)	(7)	(7)	(7)
	ZrO <sub>2</sub>	—	—	—	—	7	—
	TiO <sub>2</sub>	5	5	5	7	—	—
合計		100	100	100	100	100	100
物性	転移温度(°C)	709	714	690	683	735	665
	平均線熱膨張係数 [100-300°C] (x10 <sup>-7</sup> /°C)	82.9	82.8	80.8	80.6	86.0	88.5
	比重	2.88	2.98	3.02	2.84	3.03	2.80
	ヤング率 (GPa)	85.2	84.0	83.7	76.8	86.5	75.0
	アルカリ溶出量 (μモル/cm <sup>2</sup> )	0.032	0.029	0.08	0.021	0.015	0.115

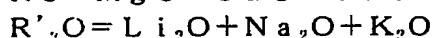
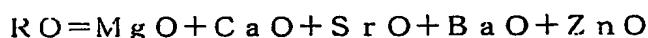


【0052】

【表2】

表2

		実施例					
		7	8	9	10	11	12
ガラス組成 (モル%)	SiO <sub>2</sub>	60	60	50	57	57	57
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5	5	12	5	5	5
	(SiO <sub>2</sub> +Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	(65)	(65)	(62)	(62)	(62)	(62)
	MgO	3	3	5	3	3	3
	CaO	15	15	13	15	13	13
	SrO	—	3	5	3	3	—
	BaO	5	5	5	5	5	8
	ZnO	—	—	—	—	—	—
	(RO)	(23)	(26)	(28)	(26)	(24)	(24)
	Li <sub>2</sub> O	—	—	—	—	—	—
	Na <sub>2</sub> O	—	—	—	—	—	—
	K <sub>2</sub> O	9	9	10	7	9	9
	(R' <sub>2</sub> O)	(9)	(9)	(10)	(7)	(9)	(9)
	ZrO <sub>2</sub>	—	—	—	5	5	5
	TiO <sub>2</sub>	3	—	—	—	—	—
合計		100	100	100	100	100	100
物性	転移温度(°C)	669	662	687	727	714	708
	平均線熱膨張係数 [100-300°C] (x10 <sup>-7</sup> /°C)	90.7	96.5	94.9	88.0	87.6	89.7
	比重	2.77	2.81	2.86	2.97	2.94	2.99
	ヤング率 (GPa)	75.1	74.7	78.7	83.5	81.4	80.9
	アルカリ溶出量 (μモル/cm <sup>2</sup> )	0.021	0.065	0.041	0.018	0.014	0.013

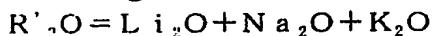
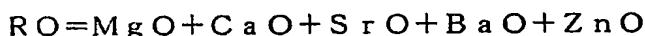


【0053】

【表3】

表3

	実施例				比較例
	13	14	15	16	1
ガラス組成 (モル%)	SiO <sub>2</sub>	57	58	58	58
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5	5	7	5
	(SiO <sub>2</sub> +Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	(62)	(63)	(65)	(63)
	MgO	1	1	—	—
	CaO	15	15	12	12
	SrO	—	—	—	—
	BaO	8	8	8	8
	ZnO	—	—	—	—
	(RO)	(24)	(24)	(20)	(20)
	Li <sub>2</sub> O	—	—	—	—
	Na <sub>2</sub> O	—	—	—	—
	K <sub>2</sub> O	9	8	10	10
	(R' <sub>2</sub> O)	(9)	(8)	(10)	(10)
物性	ZrO <sub>2</sub>	5	5	5	7
	TiO <sub>2</sub>	—	—	—	—
	合計	100	100	100	100
	転移温度(°C)	715	716	716	745
	平均線熱膨張係数 [100~300°C] (x10 <sup>-7</sup> /°C)	90.0	86.7	87.9	84.4
	比重	3.00	2.99	2.95	3.01
	ヤング率 (GPa)	80.8	80.9	78.6	81.0
	アルカリ溶出量 (μモル/cm <sup>2</sup> )	0.014	0.014	0.021	0.017



## 【0054】

表1~表3から明らかなように、実施例1~16に示したガラスの転移温度は650°C以上と高く、100~300°Cにおける平均線熱膨張係数は80×10<sup>-7</sup>/°C以上、アルカリ溶出量も0.2μモル/cm<sup>2</sup>以下であった。さらにヤング率も72GPa以上と高い剛性が得られている。

## 【0055】

以上のように各実施例のガラスの特性を測定した後、実施例1~16の各ガラスが得られる均質化されたガラス融液をプレス成形型へ供給し、ディスク状のガ

ラスをプレス成形した。なお、プレス成形以外で、例えば、フロート成形法と呼ばれる方法を使って、ガラスディスクを成形してもよい。成形されたガラスディスクを徐冷した後、表面にラッピング加工を施すとともに、中心孔や外径、端面などの加工を施した。次いで、主表面にさらにラッピング加工を施した後、研磨加工を施して平坦かつ平滑な面に仕上げた。このようにして得られた情報記録媒体用基板は洗浄液を用いて洗浄されるが、基板を構成するガラスのアルカリ溶出量が極めて低レベルなので洗浄時における基板の表面荒れを抑えることができた。洗浄後の各ガラス基板の主表面の中心線平均粗さ  $R_a$  は  $0.1 \sim 0.6 \text{ nm}$  であった。

なお、ガラス基板の中心線平均粗さ  $R_a$  は、原子間力顕微鏡（AFM）にて測定した。

#### 【0056】

洗浄、乾燥したガラス基板を用いて垂直記録方式の磁気ディスクを作製した。磁気記録層の形成において、軟磁性層と磁気記録層を順次に積層した二層膜、及び硬磁性層、軟磁性層及び磁気記録層を順次に積層した三層膜の2つのタイプの垂直記録方式の磁気ディスクを作製した。この工程中、磁気記録膜を  $400 \sim 600^\circ\text{C}$  において高温熱処理したが、いずれの基板もガラス転移温度（ $T_g$ ）が  $650^\circ\text{C}$  以上の高耐熱性を有しているので、基板は変形せず高い平坦性を保っていた。

#### 【0057】

これに対し比較例のガラスからなる基板では転移温度が  $554^\circ\text{C}$  と低く、磁気記録基板の製造過程における磁気記録膜のスパッタ工程などでの高温処理によって基板が変形してしまうため垂直記録方式の磁気ディスク用基板として使用できなかった。

#### 【0058】

このように、本発明のガラス基板はガラス転移温度が高いので、磁気記録媒体特性向上のための高温処理、高温スパッタ機での磁気膜作成に適している。また、アルカリ金属を含むガラス基板を用いたにもかかわらず、情報記録層の形成後も、基板中からのアルカリ析出による悪影響は見られなかった。

なお、上記実施例では磁気記録媒体を例に説明したが、その他の情報記録媒体用基板ならびに情報記録媒体、例えば、光記録方式や光磁気記録方式のものでも同様に良好な結果を得ることができる。

## 【0059】

## 【発明の効果】

本発明の情報記録媒体用基板によれば、ガラス転移温度 ( $T_g$ ) が  $650^{\circ}\text{C}$  以上であり、かつアルカリ溶出量が  $0.2 \mu\text{モル}/\text{cm}^2$  以下と極めて少ないので、情報記録層形成時の高温熱処理時の基板変形を抑制し、基板の平坦性を維持することができるとともに、アルカリ溶出による基板表面の平滑性低下や情報記録層への影響を抑制することができる。したがって、本発明の情報記録媒体用基板は、高記録密度の情報記録媒体、例えば垂直記録方式の磁気記録媒体等に好適に用いることができる。

## 【0060】

また、本発明の情報記録媒体用基板によれば、 $100 \sim 300^{\circ}\text{C}$  における平均線熱膨張係数を  $80 \times 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$  以上とすることができます、この基板を用いた情報記録媒体をドライブ装置に組込む際、固定金具との熱膨張特性を合わせることが可能になる。

さらに、本発明の情報記録媒体用基板によれば、高耐熱性、低アルカリ溶出性を兼備しつつ比重を  $3.5$  以下にできるので、駆動のトルクを低減可能な情報記録媒体を提供することができる。

## 【0061】

また、本発明の情報記録媒体用基板によれば、高耐熱性、低アルカリ溶出性を兼備しつつヤング率を  $72 \text{ GPa}$  以上とすることができます、高速回転時の基板の安定性を確保することができる。

本発明の情報記録媒体は情報記録層の面からも、基板の平坦性、平滑性の面からも高記録密度化が可能であり、さらに、基板からのアルカリ金属析出による情報記録層の侵蝕も防止できるので、長期にわたり安定して使用することができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 高耐熱性および低アルカリ溶出性を備えたガラスからなる情報記録媒体用基板、特に高温スパッタ機で垂直磁気記録方式用磁性膜の作製に好適な磁気記録媒体用基板、並びに情報記録媒体を提供する。

【解決手段】 アルカリ金属酸化物含有ガラスからなる情報記録媒体用基板において、前記ガラスの転移温度 ( $T_g$ ) が 650°C 以上であり、かつ温度 80°C に保持された水中に 24 時間浸漬した際のアルカリ金属イオンの溶出量が、単位面積当たり  $0.2 \mu\text{モル}/\text{cm}^2$  以下である情報記録媒体用基板、並びに該基板上に情報記録層を有する情報記録媒体である。

【選択図】 なし

出願人履歴情報

識別番号 [000113263]

1. 変更年月日 1990年 8月16日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都新宿区中落合2丁目7番5号

氏 名 ホーヤ株式会社

2. 変更年月日 2002年12月10日

[変更理由] 名称変更

住 所 東京都新宿区中落合2丁目7番5号

氏 名 HOYA株式会社